

**Uji kimia kadar titan dalam baja
dengan metode spektrofotometri**

DAFTAR ISI

	Halaman
1. RUANG LINGKUP	1
2. CARA UJI	1
3. PELAPORAN	4

UJI KIMIA KADAR TITAN DALAM BAJA DENGAN METODA SPEKTROFOTOMETRI

1. RUANG LINGKUP

Standar ini merupakan cara uji kimia kadar titan dalam baja, dengan batas konsentrasi total titan 0,025 -- 0,30%.

2. CARA UJI

2.1 Cara Pengambilan Contoh

Pengambilan contoh uji sesuai dengan ASTM.E.59--1978 Pengambilan contoh uji besi dan baja untuk penetapan komposisi Kimia.

2.2 Metoda Spektrofotometri - di antipirilmetana

2.2.1 Prinsip

Kelarutan contoh uji diikuti dengan reduksi dan kompleksasi dari unsur-unsur pengganggu. Komplek titan 4,4 diantipiril metana yang terbentuk ditetapkan dengan spektrofotometer. Pengukuran pada 390 nm.

2.2.2 Batas Konsentrasi

Batas konsentrasi yang dianjurkan 0,006 -- 0,140 mg titan per 50 ml larutan. Sel 2 cm digunakan untuk konsentrasi 0,006 -- 0,070 mg titan. Sel 1 cm digunakan untuk konsentrasi 0,070 -- 0,140 mg titan.

2.2.3 Kestabilan Warna

Warna berkembang setelah 90 menit pada suhu kamar dan stabil sampai dengan 12 jam.

2.2.4 Pereaksi dan Peralatan

2.2.4.1 Pereaksi

Semua pereaksi yang digunakan adalah pa.

2.2.4.1.1 Larutan asam askorbat ($C_6H_8O_6$), (100 g/l)

Larutkan 25 mg asam askorbat dalam air dan encerkan sampai 250 ml. Larutan dibuat pada saat akan digunakan dan sesuai dengan jumlah yang diperlukan.

2.2.4.1.2 Diantipirilmetana (DAPM) ($C_{23}H_{24}N_4O_2$) 20 g/l

Larutkan 5 g 4,4 diantipirilmetana mono hidrat ($C_{23}H_{24}N_4O_2 \cdot H_2O$) dalam HCl (1 + 9) dan encerkan sampai 250 ml dengan asam klorida (1+9). Larutan dibuat pada saat akan digunakan dan sesuai dengan jumlah yang diperlukan.

2.2.4.1.3 Larutan asam tartarat ($HOCO(CHOH)_2COOH$) 100 g/l.

Larutkan 50 g asam tartarat dalam air dan encerkan sampai 500 ml.

2.2.4.1.4 Larutan standar titan sulfat ($TiSO_4$) (1ml=0,010 mgTi)

- Timbang 0,1000 g logam titan (kemurnian minimum 99,9%) \pm 0,2 mg dan masukkan ke dalam labu ukur 1 liter.
- Tambahkan 50 ml H_2SO_4 (13) dan larutkan pada suhu tidak lebih dari 150°C.
- Oksidasikan titan dengan penambahan HNO_3 dengan cara diteteskan. Kelebihan HNO_3 harus dihindarkan. Dua atau tiga tetes HNO_3 sudah cukup untuk mengoksidasikan larutan titan sulfat dan menghasilkan warna biru.

- Dinginkan, encerkan sampai tanda tera dengan H_2SO_4 (1+9) dan kocok.
- Dengan menggunakan pipet, pindahkan 10 ml ke dalam labu ukur 100 ml.
- Tambahkan 10 ml larutan asam tartarat, encerkan sampai tanda tera, dan kocok.
- Jangan gunakan larutan yang sudah dibuat lebih dari satu hari.

2.2.4.1.5 Kalium piro sulfat ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$) kristal.

2.2.4.1.6 Asam klorida (HCl) : HCl pekat (37%), HCl (1+1), HCl (1+9).

2.2.4.1.7 Asam Nitrat (HNO_3) : HNO_3 pekat (65%).

2.2.4.1.8 Asam Sulfat (H_2SO_4) : H_2SO_4 (1+1), H_2SO_4 (1+3), H_2SO_4 (1+9).

2.2.4.1.9 Asam Fluorida (HF) : HF (40%).

2.2.4.2 Peralatan

- Spektrofotometer
- Peralatan Gelas.
Untuk mencegah contoh uji terkontaminasi, semua peralatan gelas harus dibersihkan dengan HCl panas (1+1) sebelum digunakan.
- Cawan Platina
- Neraca analitik
- Pembakar Gas
- Tungku 700°C
- Botol Semprot
- Kertas Saring

2.2.5 Prosedur

2.2.5.1 Persiapan Kurva Kalibrasi

2.2.5.1.1 Disiapkan kurva kalibrasi yang baru untuk setiap jumlah DAPM yang baru.

2.2.5.1.2 Larutan Kalibrasi

Pipet Larutan Standar Sulfat Titan (1 ml = 0,010 mg Ti) masing-masing sebanyak 0,5; 1; 4; 6; 8; 10; 12 dan 14 ml lalu masukkan masing-masing ke dalam labu ukur 50 ml.

2.2.5.1.3 Larutan Pembanding

Sebagai larutan pembanding digunakan air.

2.2.5.1.4 Larutan Blanko

Masukkan 10 ml air ke dalam labu ukur 50 ml dan prosedur selanjutnya seperti pada 2.2.5.1.5.

2.2.5.1.5 Perkembangan Warna

- Tambahkan 3,0 ml HCl (1+1) dan 5 ml larutan asam askorbat dan biarkan selama 10 menit.
- Tambahkan 10 ml larutan DAPM, encerkan dengan air sampai tanda tera, kocok, dan diamkan larutan sekurang-kurangnya 90 menit.

2.2.5.1.6 Spektrofotometri

Dengan menggunakan spektrofotometer ukur serapannya pada panjang gelombang 390 nm.

2.2.5.1.7 Kurva Kalibrasi

Alurkan hasil pembacaan spektrofotometri larutan kalibrasi terhadap miligram titan per 50 ml larutan.

2.2.5.2 Larutan Uji

2.2.5.2.1 Timbang contoh sesuai dengan tabel berikut dan masukkan ke dalam gelas kimia 250 ml.

Titan %	Berat contoh g	Toleransi mg	Volume akhir ml	Volume larutan contoh uji ml	Ukuran Sel cm
0,02 – 0,07	1,00	1	100	10	2
0,07 – 0,14	1,00	1	100	10	1
0,14 – 0,30	0,40	0,4	100	10	1

2.2.5.2.2 -- Tambahkan 20 ml HCl pekat (37%) dan panaskan pada suhu rendah sampai penguraian sempurna.

– Tambahkan 5 ml HNO₃ pekat (65%) dan uapkan larutan sampai kering.

– Dinginkan, tambahkan 5 ml HCl panaskan pada suhu 90 – 100°C untuk melarutkan garam-garam besi dan kemudian tambahkan 15 ml air.

2.2.5.2.3 – Saring dengan kertas saring medium ϕ 11 cm yang berisi bubur kertas ke dalam labu ukur 100 ml. Bilas gelas kimia dan cuci kertas saring tiga kali dengan air panas.

– Cuci kertas saring dengan 10 ml HCl (1+1) dan air panas untuk menghilangkan garam-garam besi.

– Volume filtrat dalam labu ukur tidak boleh lebih dari 70 ml.

2.2.5.2.4 – Pindahkan kertas saring ke dalam cawan platina, keringkan dan bakar pada suhu 700°C sampai karbon hilang.

– Dinginkan dan tambahkan beberapa tetes H₂SO₄ (1+1) diikuti dengan 2 ml HF (40%).

– Uapkan sampai kering dan kemudian panaskan perlahan-lahan sampai H₂SO₄ hilang.

– Dinginkan, tambahkan 2 g kalium piro sulfat, (K₂S₂O₇), leburkan di atas pembakar gas, dan panaskan sampai terbentuk leburan sempurna.

– Tambahkan 10 ml larutan asam tartarat (C₄H₆O₆) ke dalam leburan yang sudah didinginkan.

– Panaskan pada suhu 90 sampai 100°C dan jika leburan sudah larut, tambahkan larutan ini ke dalam filtrat yang dicadangkan dalam labu ukur (2.2.5.2.3).

– Encerkan sampai tanda tera dan kocok.

- 2.2.5.2.5 -- Dengan menggunakan pipet, pindahkan 10 ml larutan uji ke dalam labu ukur 50 ml dan perlakuan seperti pada 2.2.5.1.5 dengan menggunakan 1 ml HCl (1+1).
- 2.2.5.3 Larutan Blanko Contoh
Dengan menggunakan pipet, pindahkan 10 ml larutan uji ke dalam labu ukur 50 ml dan perlakuan yang sama seperti pada 2.2.5.2.5 dan 2.2.5.1.5 tanpa penambahan DAPM.
- 2.2.5.4 Larutan Blanko Pereaksi
Buat larutan blanko dengan menggunakan prosedur dan jumlah pereaksi yang sama seperti pada 2.2.5.2.1 sampai dengan 2.2.5.2.5.
- 2.2.5.5 Larutan Pembanding
Sebagai larutan pembanding digunakan air dan larutan blanko contoh, seperti pada 2.2.5.6.
- 2.2.5.6 Spektrofotometri
Ambil hasil pembacaan spektrofotometri larutan blanko pereaksi terhadap air dan larutan uji terhadap larutan blanko contoh seperti pada 2.2.5.1.6.
- 2.2.6 Perhitungan
Konversikan pembacaan spektrofotometri larutan uji ke berat titan (miligram) dengan bantuan kurva kalibrasi.

$$\text{Kadar Titan (Ti) \%} = \frac{(A - B)}{(C \times 100)} \times 100$$

A = berat titan (miligram) titan yang diperoleh dalam larutan perkembangan warna akhir. (2.2.5.6).

B = berat titan (miligram) titan yang diperoleh dalam pereaksi blanko (2.2.5.4).

C = berat contoh yang sebenarnya (g) seperti pada 2.2.5.2.1.

3. PELAPORAN

Penetapan kadar Ti dalam baja

- 3.1 No. Contoh :
- 3.2 Bahan :
- 3.3 Dibuat Untuk :
- 3.4 Contoh diterima tanggal :
- 3.5 Tanggal Pengujian :
- 3.6 Metoda :
- 3.7 Hasil analisis kimia dari contoh asli dalam % berat
- 1.
 - 2.
 - 3.
 4. Rata-rata
- 3.8 Nama Penguji :
- 3.9 Tanda tangan/tanggal :



BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id